

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-136569

⑬ Int.Cl.⁴

C 23 C 16/26
16/50

識別記号

庁内整理番号

6554-4K
6554-4K

⑭ 公開 昭和62年(1987)6月19日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 ダイヤモンドのコーティング方法

⑯ 特 願 昭60-276399

⑰ 出 願 昭60(1985)12月9日

⑱ 発 明 者 森 本 信 吾 大町市大字大町6850 昭和電工株式会社大町研究所内
⑲ 出 願 人 昭和電工株式会社 東京都港区芝大門1丁目13番9号
⑳ 代 理 人 弁理士 志賀 正武

明 細 書

1. 発明の名称

ダイヤモンドのコーティング方法

2. 特許請求の範囲

筒状体の内部または外部に黒鉛材を該筒状体の内面または外面に接触させずに配置し、上記内部または外部にH₂ガスを通すとともに高温プラズマ励起し、黒鉛材を炭化水素ガスとして気化させ、それをダイヤモンドにして上記筒状体の内面または外面に析出させることを特徴とするダイヤモンドのコーティング方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は金風、セラミックス等の筒状体の内面または外面に均一にダイヤモンドをコーティングする方法に関する。

〔従来の技術〕

従来プラズマCVD法によって基材にダイヤモ

ンドをコーティングするには、基材をプラズマ反応炉に入れ、炉内を減圧して、ダイヤモンド原料ガスとしてメタン等の炭化水素ガスをH₂にうすめたガスを導入し、マイクロ波、高周波、或いは Hot Filament 法によって上記反応ガスを励起して、基材面にダイヤモンドを析出させている。

しかし、従来の方法においては、短かい平面状の基材面にコーティングすることは可能であるが、やや長いパイプ状物の内外面に均一にコーティングすることは出来ない。

例えば、従来の方法によってパイプ状物体の内壁にダイヤモンドコーティングを行なうため、第5図に示すように、管状のプラズマ反応炉1内の長さ方向に沿って基材となるパイプ2を配置し、反応ガス導入口3よりCH₄およびH₂よりなる反応ガスを導入し、排出口4より排出しながら、高周波、またはマイクロ波発生器5によってプラズマ化したところ、パイプ2の導入口3に近い部分のみにダイヤモンドが析出してダイヤモンド層6を形成し、他部分には析出しなかった。

〔発明が解決しようとする問題点〕

本発明者等は上記の事情に鑑み、パイプ等の長いものに均一にダイヤモンドをコーティングすべく鋭意研究を行なった。

先ず、従来の方法においてパイプ2内を流れる反応ガスの流速を高めて、長さ方向にダイヤモンドを析出させようとしたが、析出する部分の長さはやや短くなったものの、その効果はあまり認められなかった。

次いで、反応ガス中の炭化水素濃度を高めたが、反応ガス入口近くのパイプに黒鉛成分を多く含むダイヤモンドが析出し、ダイヤモンドの析出長さ自体は特に長くならなかった。

これは、パイプ内面または外面に均一にダイヤモンドを析出させるには、パイプの長さ方向の各点で、温度、圧力、炭化水素濃度およびプラズマ励起の程度を一定にする必要があり、温度、圧力、プラズマ励起程度は容易に一定となるが、炭化水素濃度が一定とならないためと思料した。

そのため、反応ガスの流れ方向の各所で炭化水

素濃度を一定とする方法を探索した。その結果、水素ガス中のプラズマ空間内で黒鉛が CH_4 となって気化し、基材面にダイヤモンドが析出する現象のあることを知り、これに着目した(エレクトロセラムックス、1985、No 5 P48)。

本発明は上記の現象に着目して行なわれたもので、パイプ等の長い物体の面に均一にダイヤモンドをコーティングする方法を提供することを目的とする。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明は上記の目的を達成するためになされたもので、筒状体の内部または外部に黒鉛材を該筒状体の内面または外面に接触させずに配置し、上記内部または外部に H_2 ガスを通ずるとともに高温プラズマ励起し、黒鉛材を炭化水素ガスとして気化させそれをダイヤモンドにして上記筒状体の内面または外面に析出させるダイヤモンドのコーティング方法にある。

〔発明の具体的構成および作用〕

以下、本発明を図面を参照して説明する。

第1図は本発明の方法を実施する炉の一例を示す縦断面図で図中符号11は、管状の反応炉である。反応炉11のそれぞれの端部には H_2 の出入口12および排出口13が設けられ、反応炉外周部には、反応炉11の内部をプラズマ化する高周波またはマイクロ波発生器5が設けられている。

上記反応炉11の内部には、断面円環状の SiO_2 製のパイプ14が反応炉11の長さ方向に沿って設けられ、このパイプ14を挿通して断面円形の黒鉛製丸棒15が、その中心軸線を上記パイプ14の中心軸線と一致させて配設される。

この反応炉11に H_2 ガスを通しながら、反応内部をプラズマ化することによって黒鉛丸棒15と励起された水素とが反応して CH_4 が生成し、それが筒状体の内面で分解し、ダイヤモンドとなって析出するためか、パイプ14の内面はダイヤモンドによって均一にコーティングされる。プラズマの条件としては通常のものでよく、例えば減圧度20～50 Torr、温度700～900℃である。また筒状体の材質は、Nb、Ta、Si、SiC、 SiO_2 、

Al $_2\text{O}_3$ 、BN等である。

上記方法はパイプ内面をコーティングするのみならず、第2図に示すように、 SiO_2 製の丸棒16を黒鉛パイプ17の中心に位置させることにより、丸棒16の表面をダイヤモンドで均一にコーティングすることが出来る。

さらに、第3図に示すように、黒鉛大パイプ18、 SiO_2 パイプ14、および黒鉛丸棒15をそれぞれの中心軸線を一致させて配設することによって SiO_2 のパイプ14の内外周面に均一にダイヤモンドコーティングを行うことができる。また第4図に示すように横断面が四角形の SiO_2 角パイプ19に四角形の黒鉛棒20をその中心軸線を一致させて配置した場合も、内周面のコーティングは可能であるが、コーティングの均一性はやや劣る。

このように、本発明の方法により円形パイプの内外面、或いは丸棒の表面に均一なダイヤモンドコーティングを行なうことが出来る。

筒状体の内面あるいは外面にダイヤモンドコー

ティングした後、筒状体を溶解等により除去することによりダイヤモンドのパイプが得られる。

なお、上記説明では H_2 ガスのみを通すこととしたが、 H_2 ガスに混合してメタンガス等をわずかに混合使用してもよい。通常のCVD法ダイヤモンド合成法においてはメタン濃度は0.5～1001%、他が水素等の原料ガスを用いるが、本発明において、0.05～0.1%のメタンガス等を水素と共に混合使用すると入口付近での均一析出に役立つことがある。

次に実施例を示して本発明を説明する。

〔実施例1〕

第1図に示す反応炉内に内径：10mm、外径：12mm、長さ：50mmの石英パイプを入れ、その中心に直径：2mmの黒鉛棒をセットして H_2 を流しながらマイクロ波によって反応炉内部をプラズマ化した。5時間処理した後、石英パイプを取出して内面を観察したところ、3～4 μm の厚さの均一なダイヤモンドコーティングが得られた。このコーティングはX線回折によってダイヤモンド

であることが確認された。

〔実施例2〕

実施例1における石英パイプを黒鉛パイプとし、黒鉛棒を石英棒とした他は実施例1と同じして、石英棒のダイヤモンドコーティングを行なった。その結果、黒鉛パイプに対向する部分の石英パイプには、厚さ3～4 μm の均一なダイヤモンドコーティング層が得られた。

〔効果〕

以上述べたように、本発明の方法は従来プラズマCVD法では不可能であった長尺のパイプの内外面、或いは棒状体の面に、耐摩耗性、耐食性の優れたダイヤモンドコーティングを施すことが出来るので、その利用価値は極めて高いものである。

4. 図面の簡単な説明

第1図ないし第4図は、本発明の方法の説明図で、第1図はパイプ内周面にダイヤモンドコーティングする場合の縦断面説明図、第2図は棒体にダイヤモンドコーティングする場合の縦断面説明図、第3図は、パイプの内外面にダイヤモンドコ

ーティングする場合の被コーティング材および黒鉛の配置を示す横断面図、第4図は角筒内面にダイヤモンドコーティングする場合の配置を示す横断面図、第5図は、従来のプラズマCVD法によってパイプにコーティングした状態を示す縦断面図である。

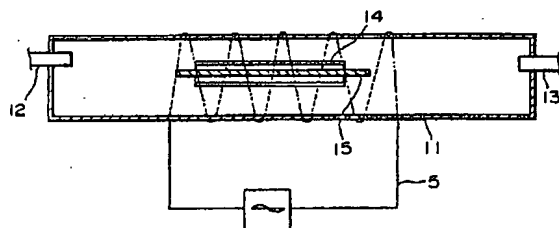
5……高周波またはマイクロ波発生器、11……反応炉、12…… H_2 導入口、13…… H_2 排出口、14…… SiO_2 パイプ、15……黒鉛丸棒、16…… SiO_2 製丸棒、17……黒鉛パイプ、18……黒鉛大パイプ、19…… SiO_2 角パイプ、20……黒鉛角棒。

出願人 昭和電工株式会社

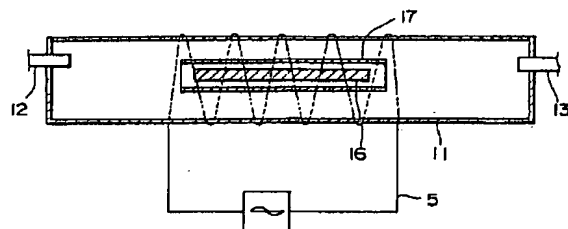
代理人 弁理士 志賀正武



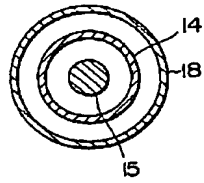
第1図



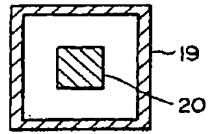
第2図



第3図



第4図



第5図

